

B01D 65/10, G01N 15/08

ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE Bureau international



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT

(51) Classification internationale des brevets 6:

A1

(11) Numéro de publication internationale:

WO 97/45193

(43) Date de publication internationale: 4 décembre 1997 (04.12.97)

(21) Numéro de la demande internationale:

PCT/FR97/00930

(22) Date de dépôt international:

28 mai 1997 (28.05.97)

(30) Données relatives à la priorité:

96/06780

28 mai 1996 (28.05.96)

FR

(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): OTV OM-NIUM DE TRAITEMENTS ET DE VALORISATION [FR/FR]; L'Aquarène, 1, place Montgolfier, F-94417 Saint-Maurice Cedex (FR).

(72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant (US seulement): CÔTÉ, Pierre [FR/FR]; 48, rue du Général Leclerc, F-78570 Andresy (FR).

(74) Mandataire: VIDON, Patrice; Cabinet Patrice Vidon, Immeuble Germanium, 80, avenue des Buttes de Coësmes, F-35700 Rennes (FR).

(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, HU, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT. RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, brevet ARIPO (GH, KE, LS, MW, SD, SZ, UG), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, Fl, FR. GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée

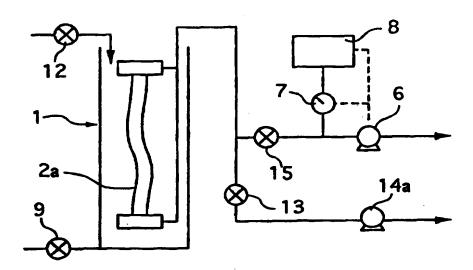
Avec rapport de recherche internationale.

(54) Title: METHOD AND INSTALLATION FOR IN SITU TESTING OF FILTERING MEMBRANE INTEGRITY

(54) Titre: PROCEDE ET INSTALLATION POUR TESTER IN SITU L'INTEGRITE DES MEMBRANES DE FILTRATION

(57) Abstract

The invention discloses a method for testing the integrity of at least one liquid filtering membrane consisting in filling the upstream air compartment (3) by placing it at atmospheric pressure and applying a partial vacuum in the said permeate compartment (4) so as to create a pressure differential between the said upstream compartment and the said permeate compartment; measuring, at the outlet of the said permeate compartment, the liquid flow rate corresponding to the air passing through the escape apertures under the effect of the pressure differential as well as the pressure prevailing in the said permeate compartment; after stabilising the measured pressure at a predetermined Ptest pressure, measuring the corresponding Qtest constant liquid flow rate; assessing



membrane integrity on the basis of the measured air flow rate Qtest. The invention also discloses an installation for implementing the method.

BNSDOCID: <WO 9745193A1 L :

Procédé et installation pour tester in situ l'intégrité des membranes de filtration.

L'invention concerne le domaine des procédés et des installations de filtration utilisés pour l'épuration de liquides, notamment des eaux, du type incluant au moins une membrane de filtration.

Le procédé et l'installation selon l'invention trouvent leur application préférentielle dans le domaine de l'épuration des eaux en vue de leur potabilisation. Toutefois, l'homme du métier pourra envisager d'en utiliser les principes pour d'autres types de traitements ou encore pour le traitement d'autres liquides que l'eau.

Les traitements des eaux en vue de leur potabilisation ont, compte tenu des normes actuellement en vigueur, les objectifs principaux suivants :

- éliminer les matières en suspension,
- éliminer les matières organiques,
- éliminer les ions gênants,
- stériliser.

Les chaînes de traitement classiques mettant en oeuvre de tels traitements font intervenir une succession d'étapes physico-chimiques du type coagulation-floculation-décantation-filtration généralement complétée par une étape d'oxydation.

Le rôle de l'étape de filtration auquel se rapporte plus précisément l'invention est de désinfecter les eaux traitées en retenant les micro-organismes (virus, bactéries et protozoaires) contenus dans celles-ci et notamment les micro-organismes pathogènes.

Une telle étape de filtration sur membranes est avantageusement effectuée grâce à des membranes organiques présentant des pores de diamètres plus ou moins élevés selon la taille des particules à retenir et pouvant par ailleurs présenter différentes configurations (fibres creuses, modules spiralés, etc...).

L'ultrafiltration et la microfiltration sur membranes organiques sont ainsi considérées comme d'excellentes méthodes de traitement et de potabilisation des eaux.

L'un des problèmes principaux posé par les installations de filtration à membranes réside dans les fuites qui peuvent apparaître dans celles-ci et provoquer une diminution notable de leur efficacité.

10

5

15

20

technique consistant à installer un microfiltre à la sortie de l'installation principale de filtration et à mesurer de temps en temps la pression au niveau de ce microfiltre. Toute augmentation de pression au niveau du microfiltre indique la présence d'une fuite. Une telle technique présente le principal inconvénient de nécessiter l'utilisation d'un dispositif supplémentaire de filtration relativement difficile à mettre en oeuvre et impliquant une augmentation sensible du coût global de l'installation.

Une autre méthode consiste à utiliser un hydrophone pour détecter les bruits résultant de la casse des fibres creuses. Toutefois, ce type de test ne permet pas de détecter les fuites sur les autres types de membranes que celles à fibres creuses où l'air est utilisé pour le rétrolavage.

Il a également été proposé dans l'état de la technique, notamment dans la demande de brevet américain US-A-5353630, d'évaluer l'intégrité de membranes de filtration en mettant en oeuvre le principe du point de bulle. Cette mesure consiste à mouiller la membrane à tester et à la soumettre à une pression d'air croissant graduellement jusqu'à ce que l'air chasse le liquide par les orifices de fuite de ladite membrane. En utilisant des pressions de test comprises entre 0,5 bar et 1 bar environ, on peut ainsi détecter la présence d'orifices présentant une taille de l'ordre du micron correspondant à des imperfections dans la couche filtrante, à des joints qui fuient, à des fibres creuses cassées etc... De tels orifices de fuite présentent des tailles bien supérieures aux seuils de coupure des membranes testées qui sont de l'ordre de 0,1 μm pour les membranes de microfiltration, de l'ordre de 0,001 μm pour les membranes d'ultrafiltration et encore plus faibles en osmose inverse.

L'équation de Young et Laplace permet d'estimer la tailles de ces orifices laissant passer l'air et ainsi de déterminer si la membrane présente ou non des fuites. En effet, selon cette équation :

$d = 4 \gamma Kt \cos\theta / \Delta P$

dans laquelle, d est le diamètre de l'orifice, γ est la tension superficielle à l'interface air-liquide, Kt est un facteur de correction tenant compte de la tortuosité des pores et dont la valeur est typiquement de 0,2 à 0,3 pour les membranes fabriquées par inversion de phase, ΔP est le point de bulle, γ est la tension superficielle à l'interface air-

5

10

15

20

. 25

Encore un objectif de l'invention est de proposer un tel procédé pouvant être facilement mis en oeuvre pour un ensemble de modules membranaires ou pour un module donné.

Ces différents objectifs, ainsi que d'autres qui apparaitront par la suite sont atteints grâce à l'invention qui concerne un procédé pour tester l'intégrité d'au moins une membrane de filtration d'un liquide, ladite membrane délimitant au sein d'un dispositif de filtration un compartiment amont accueillant ledit liquide à filtrer et un compartiment perméat recueillant ledit liquide filtré, ledit procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :

10

15

5

- remplir ledit compartiment amont d'air pour le mettre à la pression atmosphérique P_{atm} et appliquer un vide partiel dans ledit compartiment perméat de façon à créer un différentiel de pression entre ledit compartiment amont et ledit compartiment perméat ;
- mesurer le débit de liquide correspondant à l'air passant par les orifices de fuite sous l'effet dudit différentiel de pression ainsi que la pression régnant dans ledit compartiment perméat ;
- après stabilisation de la pression à une pression P_{test} prédéterminée, et avant que le compartiment perméat ne soit vidé de son liquide, mesurer le débit de liquide Q_{test} constant correspondant;
- évaluer l'intégrité de la membrane en fonction du débit Q_{test} mesuré.

20

Le principe de l'invention consiste donc à suivre l'évolution de la pression régnant dans le compartiment perméat et à déterminer pour une pression stabilisée P_{test} quel est le débit de liquide Q_{test} correspondant à l'air tranversant la membrane, ce débit étant représentatif de l'intégrité de la membrane.

25

Contrairement à la technique mise en oeuvre dans le brevet US-A-5353630, le procédé selon l'invention ne met pas en oeuvre d'air sous pression mais inversement un vide partiel. Ainsi, il peut être utilisé pour les installations de filtration membranaire n'incluant pas de moyens d'amenée d'air sous pression.

30

De plus, le procédé selon l'invention met en oeuvre le principe de la mesure du point de bulle en provoquant le passage d'air à travers la membrane encore mouillée dans le sens utilisé au cours de la filtration. Ceci présente l'avantage de ne pas fragiliser la

7

$$Q_{\text{fuite}} = Q_{\text{orif}} \mu_{\text{air}} \Delta P_{\text{filt}} / \mu_{\text{liquide}} (P_{\text{atm}} - P_{\text{test}})$$

En remplaçant Q_{orif} par sa valeur ci-dessus lors de la première correction on obtient une expression pour Q_{fuite} exprimée en fonction de variables connues :

$$Q_{\text{fuitc}} = Q_{\text{test}} (\mu_{\text{air}} 2 \Delta P_{\text{filt}} P_{\text{test}}) / (\mu_{\text{liquide}} (P_{\text{atm}}^2 - P_{\text{test}}^2))$$

5

10

15

20

En définissant $f_1 = \mu_{liquide} / \mu_{air}$ et $f_2 = (P_{atm}^2 - P_{test}^2) / 2 \Delta P_{filt} P_{test}$, on peut exprimer Q_{fuite} , par l'équation suivante :

$$Q_{\text{fuite}} = Q_{\text{test}} / f_1 f_2$$

dans laquelle f_1 est un facteur de correction de viscosité du liquide filtré par rapport à l'air, et f_2 est un facteur de correction de pression. La valeur du débit de fuite corrigé Q_{fuite} est préférentiellement calculée dans le cadre du procédé selon l'invention.

On notera que le mode de correction du débit Q_{test} précisé ci-dessus n'est nullement limitatif et que l'homme de l'art pourra envisager de corriger Q_{test} selon un autre procédé sans sortir du cadre de l'invention.

Egalement préférentiellement, l'intégrité de la membrane testée est évaluée en calculant l'abattement logarithmique de ladite membrane à partir dudit débit de fuite Q_{fuite} et du débit filtré Q_{filt} sur ladite membrane, en appliquant l'équation :

$$AL = log_{10} (Q_{fuite} / Q_{filt})$$

Ce mode de calcul part de l'hypothèse selon laquelle toutes les particules (e.g. micro-organismes) présentes dans le débit de fuite traversent la membrane alors que toutes les particules présentes dans le débit filtré sont arrêtées par la membrane.

Préférentiellement, le procédé selon l'invention comprend également une étape consistant à calculer le diamètre des orifices de fuite de la membrane en fonction de la pression transmembranaire en appliquant l'équation $d=4 \gamma K_1 / \Delta P$ avec $\gamma \Delta P$ et K_t tels que définis ci-dessus.

25

Par ailleurs, selon une variante intéressante de l'invention, ladite étape consistant à remplir d'air ledit compartiment amont de façon à placer ce compartiment à la pression atmosphérique est effectuée en vidangeant ledit compartiment. Une telle caractéristique préférentielle est particulièrement adaptée aux installations à membranes immergées dont la vidange permet d'exposer rapidement à l'air le côté filtrat des membranes. C'est la raison pour laquelle le procédé selon l'invention est avantageusement mis en oeuvre sur

Préférentiellement, la capacité de ladite pompe est définie comme une fraction (préférentiellement 10-3 à 10-6) du débit de filtration de la membrane ou des membranes testée(s)

Avantageusement, ledit dispositif de filtration présente des moyens de vidange du compartiment amont. Comme déjà précisé, dans le cadre d'installations à membranes immergées, de telles moyens de vidange permettent d'exposer facilement les membranes mouillées à l'air. Lorsque l'étape consistant à placer le compartiment amont à la pression atmosphérique ne pourra pas être obtenu en vidangeant ce compartiment, cette étape pourra être effectuer en aspirant le liquide libre dans le compartiment amont en mettant en oeuvre les moyens amont permettant de créer un vide partiel dans le compartiment perméat et en prévoyant une admission d'air ambiant dans le compartiment amont.

Selon une variante intéressante de l'invention, ledit dispositif de filtration comprend une pluralité de modules de membranes, lesdits moyens pour créer un vide partiel et lesdits moyens de calcul étant communs auxdits modules, et des moyens de sélection pour mettre en œuvre les moyens précités soit sur l'ensemble desdits modules soit seulement sur un ou plusieurs d'entre eux. De cette manière, le procédé selon l'invention peut être mené globalement sur un ensemble de membranes ou de modules membranaires et, en cas de résultat négatif à ce stade, il est possible d'isoler un ou plusieurs de ces modules ou une ou plusieurs de ces membranes, afin de déterminer quels éléments sont touchés. Les moyens de sélection en question pourront par exemple être constituées d'un réseau de vannes manuelles ou d'électrovannes.

L'invention, ainsi que les différents avantages qu'elle présente seront plus facilement compris grâce à la description qui va suivre d'un mode non limitatif de réalisation de celle-ci en référence aux dessins, dans lesquels :

- la figure 1 est un schéma montrant le principe du procédé selon l'invention ;
- la figure 2 représente une installation de filtration d'eau à membranes immergées selon la représente invention;
- la figure 3 représente la variation du débit et de la pression régnant dans le compartiment perméat au cours de la mise en oeuvre du procédé selon l'invention;
- la figure 4 représente un autre mode de réalisation d'une installation selon l'invention.

10

5

15

20

25

11

une simple vanne de vidange montée dans la partie inférieure du compartiment amont 3 les moyens 5 sont constituées par une vanne prévue dans sa partie supérieure. Les moyens pour créer un vide partiel dans le compartiment amont incluent avantageusement une pompe à déplacement positif 6 permettant d'obtenir une pression constante par variation de sa vitesse de rotation. Cette pompe est reliée au compartiment perméat 4 par une canalisation munie d'une vanne 15.

Lors de la mise en oeuvre du procédé selon l'invention, le mode filtration de celleci est arrêté. A cet effet, l'alimentation en liquide à filtrer est stoppée en fermant les vannes 12 et 13 et en arrêtant la pompe 14.

10

15

5

Ensuite, le compartiment amont 3 est vidangé et mis à la pression atmosphérique en ouvrant concomitamment les vannes 5 et 9. Une fois, ce compartiment vidé du liquide à filtrer et placé à la pression atmosphérique, la vanne 15 est ouverte et la pompe 6 est mise en oeuvre de façon à appliquer un vide partiel dans le compartiment perméat 4 et un passage d'air à travers les orifices de fuite pouvant exister dans la membrane sous l'effet du différentiel de pression existant entre ce compartiment perméat 4 et le compartiment amont 3. Comme il sera explicité ci-après plus en détail, la pression régnant dans ce compartiment diminue progressivement jusqu'à atteindre une valeur prédéterminée P_{test}. Parallèlement, le débit de liquide correspondant diminue également progressivement jusqu'à atteindre un débit de fuite Q_{test}. Les pressions et les débits sont mesurés en continu. Lorsqu'à la pression P_{test}, le débit de fuite Q_{test} sensiblement constant est mesuré, cette donnée est transmis aux moyens de calcul 8 permettant de calculer le débit de fuite corrigé en fonction de la pression et de la viscosité, et l'abattement de la membrane. A cet effet, les moyens de calcul incluent des moyens permettant d'entrer les paramètres et constantes nécessaires à ces calculs.

25

20

En référence à la figure 2, une autre installation de filtration d'eau à membranes immergées est représentée. Dans ce type d'installation l'alimentation n'est pas effectuée sous pression mais le perméat est soutiré grâce à une pompe 14 a. (Les éléments structurels communs aux figures 1 et 2 sont référencés à l'aide des mêmes références). Cette figure montre des membranes sous la forme d'un module de filtration 2a constituée d'une pluralité de membranes directement immergées dans le liquide à filtrer. En mode

mode de réalisation puisqu'il ne reste que peu d'eau libre dans le compartiment amont, cette eau ayant été presque totalement évacuée par les moyens de vidange. Par contre, dans d'autres modes de réalisation, lorsque cette eau libre ne pourra pas être vidangée, l'eau libre sera évacuée en mettant en oeuvre la pompe prévue pour créer un vide partiel dans le compartiment perméat. La phase I sera alors beaucoup plus longue.

Durant la phase II, la pression négative créée par la pompe 6 contracte la membrane, ce qui a pour effet d'entraîner une chute rapide du débit.

Enfin, au cours de la phase III, la pression régnant à l'intérieur du compartiment perméat se stabilise à la valeur choisie pour le test et le débit mesuré Q_{test} correspond aux fuites par les orifices qui laissent passer l'air. Dans le cadre du présent mode de réalisation, la pression P_{test} a été fixée 0,61 bar et le débit d'eau mesuré à a été de 42 1 / h. Ces données ont été rentrées dans les moyens de calcul 8 comme indiqué ci-dessus.

Grâce aux paramètres entrées dans les moyens de calcul 8, ceux-ci ont établi le diamètre des orifices laissant passer l'air, le débit de fuite corrigé et l'abattement logarithmique de la membrane.

Calcul des diamètres des orifices de fuite

Ces diamètres ont été évalués grâce à l'équation :

$$d = 4 \gamma K_t / \Delta P$$

dans laquelle γ est la tension superficielle à l'interface air-liquide, ΔP est la pression transmembranaire, et K_t est un facteur de correction représentatif de la tortuosité des pores de ladite membranes.

La pression transmembranaire a été calculée pour le haut de la membrane et pour le bas de la membrane en tenant compte du fait que la hauteur de celle-ci est de 1,80m et que la pression transmembranaire moyenne est de à 0,4 bar. Ce calcul aboutit à une pression transmembranaire dans le haut de la membrane égale à 0,31 bar et à une pression transmembranaire dans le bas de la membrane égale à 0,49 bar correspondant respectivement à des orifices de fuite de 1,5 µm et 2,3 µm.

Calcul du débit de fuite corrigé Ofuite

Ce débit corrigé a été établi à partir du débit mesuré Q_{test} qui a été relevé à 42 1 / h Les facteurs de correction f₁ et f₂ ont été établis grâce aux équations indiquées ci-

5

10

15

20

25

15

REVENDICATIONS

- 1. Procédé pour tester l'intégrité d'au moins une membrane de filtration d'un liquide, ladite membrane délimitant au sein d'un dispositif de filtration un compartiment amont accueillant ledit liquide à filtrer et un compartiment perméat recueillant ledit liquide filtré, ledit procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :
- remplir ledit compartiment amont d'air pour le mettre à la pression atmosphérique P_{atm} et appliquer un vide partiel dans ledit compartiment perméat de façon à créer un différentiel de pression entre ledit compartiment amont et ledit compartiment perméat ;
- mesurer le débit de liquide correspondant à l'air passant par les orifices de fuite sous l'effet dudit différentiel de pression ainsi que la pression régnant dans ledit compartiment perméat;
- après stabilisation de la pression mesurée à une pression P_{test} prédéterminée, et avant que le compartiment perméat ne soit vidé de son eau, mesurer le débit de liquide Q_{test} constant correspondant;
- évaluer l'intégrité de la membrane en fonction du débit Qtest mesuré.
- 2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la pression P_{test} utilisée est comprise entre environ 0,2 bar et 0,9 bar (pression absolue).
- 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce qu'il comprend une étape supplémentaire consistant à corriger le débit mesuré Q_{test} en appliquant l'équation $Q_{fuite} = Q_{test} / f_1 f_2$, dans laquelle f_1 est un facteur de correction de viscosité du liquide filtré par rapport à l'air, et f_2 est un facteur de correction de pression.
- 4. Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce que ladite étape consistant à évaluer l'intégrité de la membrane est effectuée en calculant l'abattement logarithmique AL de ladite membrane à partir du débit de fuite Q_{fuite} et du débit filtré Q_{filt} sur ladite membrane, en appliquant l'équation AL = $\log_{10} (Q_{\text{fuite}} / Q_{\text{filt}})$.
- 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce qu'il comprend une étape consistant à calculer le diamètre des orifices de fuite en fonction de la pression transmembranaire en appliquant l'équation $d=4\gamma K_t/\Delta P$ dans laquelle ΔP est la pression transmembranaire, et K_t est un facteur de correction représentatif de la tortuosité des

5

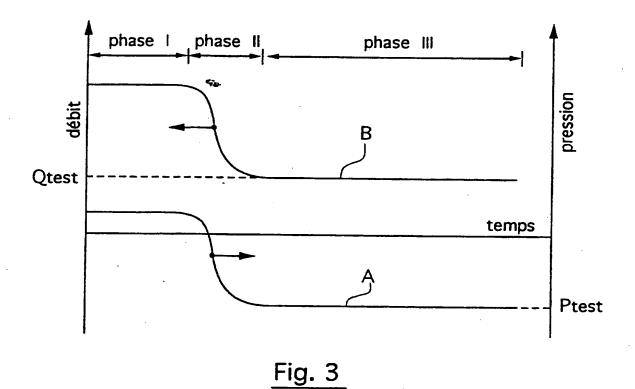
10

15

20

moins une pompe munie de moyens permettant de réguler son débit pour maintenir la pression constante.

- Installation selon la revendication 12 caractérisée en ce que la capacité de ladite pompe est définie comme une fraction du débit de filtration de la membrane ou des membranes testée(s).
- Installation selon l'une des revendications 10 à 13 caractérisé en ce que lesdites 14. membranes sont des membranes immergées à fibres creuses.
- Installation selon la revendication 14 caractérisée en ce que ledit dispositif de filtration (1) présente des moyens de vidange (9) du compartiment amont.
- Installation selon l'une des revendications 10 à 15 caractérisée en ce que ledit 10 dispositif de filtration (1) comprend une pluralité de modules de membranes, lesdits moyens (6) pour créer un vide partiel, lesdits moyens de mesure (7) et lesdits moyens de calcul (8) étant communs auxdits modules, et des moyens de sélection pour mettre en oeuvre lesdits moyens (6,7,8) soit sur l'ensemble desdits modules soit seulement sur un ou plusieurs d'entre eux. 15



17 18 19 8 7 6 6 15 14 13 14 13 14

Fig. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern ial Application No PCT/FR 97/00930

		PCI/FR 9/	700930
	non) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		Relevant to claim No.
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages		Relevant to claim 140.
A	EP 0 064 159 A (B.HUSCHKE) 10 November 1982 see claims; figures	1	
A	EP 0 139 202 A (FUJISAWA PHARMACEUTICAL CO) 2 May 1985 see claims; figures	1,10	
A	DE 44 21 639 A (MICRODYN MODULBAU GMBH) 4 January 1996 see claims; figure	1-9	
A	DE 39 17 856 A (SARTORIUS GMBH) 7 December 1989 see claims		1,10
	·		
		·	
	·		
	·		
	·		

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

PCT/FR 97/00930

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 6 B01D65/10 G01N15/08

Seion la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation munimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 BOID GOIN

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relevent des domaines sur lesquels a porte la recherche

Base de données electronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilises)

Categorie 1		
Categorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	GB 2 132 366 A (BRUNSWICK CORPORATION) 4 Juillet 1984 voir revendications; figures 1,3	1-16
Y	DE 33 12 729 A (FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG E.V.) 11 Octobre 1984 voir revendications 1,3	1-16
A	EP 0 592 066 A (MEMTEC JAPAN LIMITED) 13 Avril 1994 voir revendications & US 5 353 630 A cité dans la demande	1,10
A	EP 0 517 501 A (ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA) 9 Décembre 1992	10

X Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	X Les documents de familles de brevets sont indiques en annexe
"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une dvulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais	"T" document ultérieur publie après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément." "Y" document particulièrement pertinent, l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou pluseurs autres documents de même nature, cette combinaison étant evidente pour une personne du mêtier. "&" document qui fait partie de la même famille de brevets.
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expedition du présent rapport de recherche internationale
27 Août 1997	1 5. 09. 97
Nom et adresse postale de l'administration chargee de la recherche international Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (- 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+ 31-70) 340-3016	Cordero Alvarez, M

Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille) (juillet 1992)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux inembres de familles de brevets

PCT/FR 97/00930

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 2132366 A	04-07-84	DE 3248185 A DE 3331419 A DE 3331420 A CA 1220047 A US 4614109 A	05-07-84 14-03-85 14-03-85 07-04-87 30-09-86
DE 3312729 A	11-10-84	AUCUN	
EP 592066 A	13-04-94	JP 6043089 A US 5353630 A	18-02-94 11-10-94
EP 517501 A	09-12-92	AT 141411 T AU 643174 B AU 1801392 A CA 2070358 A DE 69212714 D DE 69212714 T ES 2090518 T JP 5157682 A KR 9606581 B US 5185082 A	15-08-96 04-11-93 10-12-92 07-12-92 19-09-96 23-01-97 16-10-96 25-06-93 20-05-96 09-02-93
EP 64159 A	10-11-82	DE 3117399 A JP 57186151 A US 4449392 A	02-12-82 16-11-82 22-05-84
EP 139202 A	02-05-85	JP 1874038 C JP 60197287 A JP 1642519 C JP 2051135 B JP 60058530 A US 4872974 A US 5064529 A	26-09-94 05-10-85 28-02-92 06-11-90 04-04-85 10-10-89 12-11-91
DE 4421639 A	04-01-96	AUCUN	
DE 3917856 A	07-12-89	AUCUN	